

EP04/52189



REC'D 02 NOV 2004	
WIPO	PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 103 48 548.1

Anmeldetag: 20. Oktober 2003

Anmelder/Inhaber: FACT Future Advanced Composites & Technology
GmbH, 67657 Kaiserslautern/DE

Bezeichnung: Extrusionsverfahren zur Herstellung von
zähmodifizierten und schichtsilikatverstärkten
thermoplastischen Systemen

IPC: C 08 J, B 29 B, C 08 K

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 14. Oktober 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Schmidt C.

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Dr. Dieter Weber *Dipl.-Chem.*

Klaus Seiffert *Dipl.-Phys.*

Dr. Winfried Lieke *Dipl.-Phys.*

Dr. Roland Weber *Dipl.-Chem.*

Weber, Seiffert, Lieke · Patentanwälte · Postfach 6145 · 65051 Wiesbaden

Deutsches Patent- und Markenamt
Zweibrückenstr. 12

80331 München

Patentanwälte
European Patent Attorneys

Taunusstraße 5a
65183 Wiesbaden
Postfach 6145 · 65051 Wiesbaden
Telefon 06 11 / 99 174-0
Telefax 06 11 / 99 174-50
E-Mail: mail@WSL-Patent.de

Datum: 17. Oktober 2003
H/ri

Unsere Akte: #FACT 103-01-DE

FACT
Future Advanced Composites
& Technology GmbH
Hertelsbrunnenring 9

67657 Kaiserslautern

**Extrusionsverfahren zur Herstellung von zähmodifizierten und
schichtsilikatverstärkten thermoplastischen Systemen**

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Extrusionsverfahren zur Herstellung von zähmodifizierten und schichtsilikatverstärkten thermoplastischen Systemen.

5 Branchenübergreifend werden Leichtbauwerkstoffe für die Schonung der natürlichen Ressourcen in zunehmendem Maße wichtiger. Entscheidend ist hierbei, daß die Gewichtsvorteile mit guten und verbesserten mechanischen Eigenschaften verbunden werden. Ein Ansatz zur Verwirklichung dieser Anforderungen sind Nanoverbundwerkstoffe (Nanocomposites), bei denen geeignete Materialien als Nanopartikel in verschiedene Matrices eingearbeitet werden. Variabel sind hierbei die Höhe des
10 Füllgrades und die Partikelgröße, wobei entscheidend ist, daß die Verbundwerkstoffe eine sehr feine und homogene Partikelverteilung in der Matrix aufweisen.

Die Prozesse beim Einarbeiten von Nanopartikeln finden auf molekularer Ebene statt. Folglich ist neben einer dementsprechend optimierten Verfahrenstechnik auch die wechselseitige Verträglich-
15 keit der Nanopartikel mit dem Verbundwerkstoff von Bedeutung.

Post giro: Frankfurt/M 6763-602
Bank: Dresdner Bank AG, Wiesbaden
Konto 27 680 700 (BLZ 510 800 600)

Natürliche und synthetische Schichtsilikate sind aus dem Stand der Technik bekannte Nanopartikel, die zwar die Steifigkeit des Materials erhöhen, die aber nur mit erheblichem Aufwand fein, d.h. als getrennte, von der Matrix umhüllte Nanopartikel, verteilt werden können. Als größere Makropartikel erhöhen sie die Steifigkeit nur mäßig und reduzieren dabei gleichzeitig die Schlagzähigkeit.

Um eine Steigerung der Zähigkeit zu erreichen, werden zur Veredelung von Kunststoffen unter anderem Kautschukpartikel eingesetzt, deren Anwesenheit allerdings auf Kosten der Steifigkeit geht. Wünschenswert wären daher Nanoverbundwerkstoffe, die bezüglich Materialsteifigkeit und Schlagzähigkeit optimiert sind.

Eine Verbesserung der Eigenschaften der obigen Verbundwerkstoffe bieten Verfahren zur Herstellung von schichtsilikatverstärkten Verbundstoffen wie zum einen das Exfoliations- und Adsorptionsverfahren, bei dem Schichtsilikate und Polymere in demselben Lösungsmittel dispergiert bzw. gelöst werden, wobei sich Polymer und entfaltete exfolierte Schichtsilikate aneinanderlagern und nach Evaporation des Lösungsmittels eine mehrschichtige Sandwich-Struktur ausbilden.

Ein weiteres Verfahren ist die interkalierende Polymerisation *in situ*. Bei diesem Verfahren wird das Schichtsilikat im flüssigen Monomer oder einer Lösung des Monomers des Matrixmaterials gequollen, und die Bildung des Polymers kann auf diese Weise zwischen den interkalierten Blättern des Schichtsilikats stattfinden. Die Polymerisation kann hierbei durch einen Initiator-Stoff oder zum Beispiel durch Bestrahlung oder Wärmebehandlung initiiert werden.

Bei der Schmelzinterkalation werden die Schichtsilikate mit der Polymermatrix im geschmolzenen Stadium miteinander vermischt. Unter diesen Bedingungen kann bei ideal aufeinander abgestimmten Schichtsilikaten und Polymeren das Polymer in die Zwischenräume der Schichtsilikate einwandern und so zur Bildung von entweder interkalierten oder exfolierten Nanoverbundstoffen führen (Alexandre, M. und Dubois, P., Polymer-layered Silicate Nanocomposites: Preparation, Properties and Uses of a new Class of Materials, Materials Science and Engineering Reviews 28 (2000) 1-36). Bei dieser Methode ist kein Lösungsmittel erforderlich.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung werden nur Verbundwerkstoffe mit entsprechend fein verteilten Füllmaterialien als „Nanoverbundwerkstoffe“ bezeichnet, weil die Partikel zumindest eines Füllstoffs, die einzeln von Matrixmaterial umgeben sind, in zumindest einer Dimension nur Maße in der Größenordnung von Nanometern aufweisen.

Aus dem Stand der Technik ist bekannt, daß die Schmelzinterkalation in einem Extruder durchgeführt werden kann. So stellten Liu et al. 1999 einen Nanoverbundstoff auf der Basis von Nylon und

unter Verwendung von Montmorillonit her (Liu, L.M. *et al.*, Studies on Nylon-6 Clay Nanocomposites by Melt-Intercalation Process, J. Appl. Polym. Sci. 71 (1999) 1133-1138). Um dieses Verfahren durchführen zu können, war es erforderlich, zuvor die stark polaren Schichtsilikate durch Kationenaustausch mit organischen apolaren Kationen mit der Polymermatrix kompatibel zu machen. Diese Zubereitung von organisch modifizierten Schichtsilikaten ist sehr aufwendig und kostenintensiv.

Es besteht daher Bedarf an einer Verfahrenstechnik, bei der Schichtsilikate oder auch andere Mineralien auch ohne chemische Vorbehandlung als Nanofüllstoffe einsetzbar sind.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein Herstellungsverfahren für Nanoverbundwerkstoffe bereitzustellen, das mit möglichst günstig zu erhaltenden Rohstoffen arbeitet, die sich leicht verarbeiten lassen und die vor der Verarbeitung nicht aufwendig aufbereitet werden müssen. In diesem Zusammenhang ist es eine weitere Aufgabe dieser Erfindung, hierfür eine Rohstoffkombination zu etablieren, die den Anforderungen an einen Hochleistungs-Nanoverbundwerkstoff gerecht wird, in erster Linie hinsichtlich Steifigkeit und Zähigkeit.

20 Diese Aufgaben werden gemäß der vorliegenden Erfindung gelöst durch ein Extrusionsverfahren zur Herstellung von zähmodifizierten und schichtsilikatverstärkten thermoplastischen Systemen, dadurch gekennzeichnet, daß sowohl Zähmodifikator als auch Schichtsilikat in im wesentlichen wäßriger Dispersion in das compoundierende System eingebracht werden und daß das Wasser aus dem compoundierenden System während der Extrusion wenigstens zum Teil entfernt wird.

25 Der Vorteil bei der Verwendung einer wäßrigen Silikatlösung liegt darin, daß die mehrschichtigen Silikate im Wasser stark quellen, wobei die Aufweitung des Schichtabstands 40-50% und mehr betragen kann. Diese vergrößerten Zwischenräume zwischen den Schichten sind dadurch für das jeweilige Polymer zugänglich und die Interkalierung und Exfolierung der Schichtsilikate wird dementsprechend begünstigt.

30 Durch das Einbringen von Zähmodifikatoren in wäßriger Suspension können sich die Einzelschichten der Silikate mit den Partikeln des Zähmodifikators zu Elementen zusammenlagern, die überraschenderweise die Zähigkeit und Festigkeit verbessern (Skelett- bzw. Kartenhausstruktur). Die wenigstens teilweise und zumeist weitgehende Entfernung des Wassers aus dem compoundierenden System führt dazu, daß die Mischung optimal compoundiert. Darüber hinaus kann es von Vorteil sein, wenn für die anschließende Weiterverarbeitung, zum Beispiel die Granulierung des Kom-
35 pounds, das Wasser vollständig entfernt wird. Unter Umständen kann es aber auch vorteilhaft sein, eine geeignete Menge an Wasser im Compound zu erhalten. Bei der Herstellung von Produkten mit Schaumstruktur durch Direktextrusion (z.B. Profile, Platten) kann so das Wasser z.B. die Funktion eines physikalischen Triebmittels übernehmen.

Abgesehen davon ist es theoretisch auch möglich, daß ein Teil des eingebrachten Wassers chemisch oder auf andere Weise im Compound gebunden bleibt.

5 Als Matrix kommt der gesamte aus dem Stand der Technik bekannte Bereich der natürlichen und synthetischen Polymere in Betracht, wie thermoplastische Kunststoffe (zum Beispiel Polyethylen, Polyester, Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyamide) Elastomere (zum Beispiel Polyurethan, Styrolbutadien, Ethylenpropylen, Polychloropen, Silikon) und natürlicher Kautschuk. Besonders bevorzugt sind Polyamide, lineare Polyester (PET, PBT), Polyoxymethylen und Polyolefine (PE, PP).
10 Zu den verwendbaren Schichtsilikaten zählen alle Vertreter der natürlichen bzw. synthetischen quellfähigen Schichtsilikate. Darunter fallen tonhaltige Steine und Erden (zum Beispiel Bentonit und Kaolinit), Tonminerale (zum Beispiel Montmorillonit, Beidellit, Vermiculit, Serpentin) und synthetische Schichtsilikate (zum Beispiel $\text{MgO}(\text{SiO}_2)_s(\text{Al}_2\text{O}_3)_a(\text{AB})_b(\text{H}_2\text{O})_x$, wobei AB ein Ionenpaar, wie zum Beispiel NaF ist). Zur Modifikation der Zähigkeit von Kunststoffen können zum Beispiel natürlicher Kautschuk (wie zum Beispiel Naturkautschuk (NR)) oder synthetischer Kautschuk (wie zum Beispiel Styrolbutadien (SBR), Nitrilgummi (NBR), Polychloropen (CR)) verwendet werden.

Die Schichtsilikate können in der Polymermatrix als Partikel im Mikromaßstab vorliegen, bei geeigneter Verarbeitung wird allerdings angestrebt, daß die Schichtsilikate von der Polymermatrix interkaliert vorliegen bzw. im exfoliierten Zustand, d.h. als Einzelschichten, die in der Polymermatrix
20 eingebettet sind (Nanomaßstab).

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung umfaßt der Begriff der Dispersion ein System aus mehreren Phasen, von denen eine kontinuierlich und mindestens eine weitere fein verteilt ist, wie zum Beispiel bei einer Emulsion, Suspension oder molekularer Dispersion.

25 Bei einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden die Dispersionen von Zähmodifikator und Schichtsilikat zeitlich und/oder räumlich separat in das compoundierende System eingebracht. Der Vorteil bei dieser Verfahrensweise besteht darin, daß die Dispersionen getrennt besser handhabbar sind, und in diesem Stadium keine unerwünschten Wechselwirkungen
30 zwischen dem Zähmodifikator und den Silikatschichten erfolgen können.

Bei einer weiteren bevorzugten Ausführungsform dieser Erfindung werden Zähmodifikator und Schichtsilikat zusammen in das compoundierende System eingebracht. Vorteilhaft ist hierbei, daß nur ein gemeinsamer Verfahrensschritt erfolgen muß. Dies ist gleichbedeutend mit einem geringeren
35 anlagentechnischen Aufwand.

Eine weitere bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung zeichnet sich dadurch aus, daß das Wasser aus dem compoundierenden System während der Extrusion durch Evaporation

entfernt wird. Die Entfernung des Wassers aus dem compoundierenden System durch Evaporation empfiehlt sich, weil durch die Extrusion und das Mischen der Lösungen und eventuell zusätzlich durch das Einbringen der Schmelze die Temperatur in der Mischung bereits erhöht ist und das Verdampfen von Wasser ohne oder nur mit wenig weiterem Energieaufwand möglich ist.

5

Getrockneter Kautschuk läßt sich in Wasser gut dispergieren. Eine wäßrige Dispersion von Kautschuk wird auch als Latex bezeichnet. Daher werden bei einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung Zähmodifikatoren, die natürlichen und synthetischen Kautschuk sowie Mischungen davon umfassen, verwendet, indem sie in wässriger Dispersion, d.h. als Latex eingesetzt werden. Darüber hinaus ist die Verwendung von allen in Wasser dispergierbaren Zähmodifikatoren gemäß der vorliegenden Erfindung denkbar. Beim Suspendieren des Kautschuks ist darauf zu achten, daß die Kautschukpartikel möglichst fein dispergiert werden. Die Partikelgröße sollte im Bereich $< 10 \mu\text{m}$ liegen.

10

15

Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung umfassen die verwendeten Zähmodifikatoren Latex und Latexmischungen von natürlichen Kautschuken (wie zum Beispiel Naturkautschuk (NR)) oder synthetischen Kautschuk (wie zum Beispiel Styrolbutadien (SBR), Nitrilgummi (NBR), Polychloropren (CR)). Der Vorteil bei der Verwendung von Latex liegt darin, daß hier der Kautschuk bereits in suspensierter Form vorliegt.

20

Bei einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist das Latex oder die Latexmischung bzw. der Kautschuk oder die Kautschukmischung prävulkanisiert. Die Prävulkanisierung mit z.B. Schwefel oder Hochenergiestrahlung ist vorteilhaft, um die ursprüngliche Partikelgröße des Zähmodifikators zu erhalten. Anderenfalls könnte sich die Partikelgröße unter den

25

Bedingungen beim Compoundieren in Abhängigkeit von der Kompatibilität mit der Matrix verändern. Daher ist die Prävulkanisierung eine wichtige Maßnahme, um die Partikelgröße und -verteilung zielgerecht zu steuern.

30

Eine weitere bevorzugte Ausführungsform dieser Erfindung zeichnet sich dadurch aus, daß der verwendete Zähmodifikator eine Partikelgröße $0,1 - 10 \mu\text{m}$ aufweist. Die Partikelgröße und der Abstand der Partikel untereinander sind sehr bedeutend für die Ausbildung von Mikrorissen um die Partikel in der Polymermatrix. In diese Mikrorisse können Matrixmoleküle auswachsen und Mikrofibrillen ausbilden, die eine extrem hohe Zähigkeit des resultierenden Verbundwerkstoffs bewirken. Eine sehr gute Zähigkeit wird so zum Beispiel erreicht durch Partikeldurchmesser von etwa $0,5 \mu\text{m}$ und Abstände zwischen diesen Partikeln von $1-10 \mu\text{m}$, besonders bevorzugt etwa $2 \mu\text{m}$.

35

Der Zähmodifikator ist gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung dadurch gekennzeichnet, daß die Struktur der Partikel des Zähmodifikators aus Kern und Schale besteht. Partikel mit einer Struktur aus Kern (z.B. Polystyrol) und Schale (z.B. Polyacrylat) haben den Vorteil, daß über die Modifizierung der Schale der Unterschied in der Steifigkeit (E-Modul) zwischen der Kautschukphase und der Matrix variiert werden kann. Hierdurch wird die Spannungskonzentration an den Partikeln verändert, die bestimmt, inwieweit sich Kavitäten der Matrix in der Umgebung der Partikel ausbilden. Dies wiederum ist ein entscheidender Faktor für die Zähigkeitssteigerung.

Bei einer besonders bevorzugten Ausführungsform haben die Partikel des Zähmodifikators reaktionsfähige Gruppen auf ihrer Oberfläche. Über diese reaktionsfähigen Gruppen können diese Partikel mit den funktionellen Gruppen des jeweiligen Matrixpolymers in Wechselwirkung treten und dadurch eine chemische Anbindung schaffen. Solche reaktionsfähigen Gruppen umfassen Hydroxyl-, Carboxyl- und Epoxygruppen.

Bei einer weiteren besonders bevorzugten Ausführungsform ist der verwendete Zähmodifikator im komponentierten Produkt des Verfahrens mit einem Anteil von 1 - 40 Gew.-%, bevorzugt mit einem Anteil von 5 - 25 Gew.-% enthalten. Diese Konzentrationen liefern ein Produkt mit optimaler Zähigkeit.

Bei einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung umfaßt das verwendete Schichtsilikat natürliche und synthetische Schichtsilikate, wie zum Beispiel Bentonit und Fluorhektorit, die in Wasser quellbar sind. Während natürliche Schichtsilikate besonders günstig verfügbar sind, ist bei den synthetischen Schichtsilikaten von Vorteil, daß sie besonders rein sind, was z.B. in Anbetracht der thermischen und thermooxidativen Stabilität von großem Vorteil ist.

Eine weitere bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung zeichnet sich dadurch aus, daß das Schichtsilikat im komponentierten Produkt des Verfahrens mit einem Anteil von 1 - 10 Gew.-% enthalten ist. Vorzugsweise ist das Schichtsilikat im komponentierten Produkt des Verfahrens mit einem Anteil von 4 - 8 Gew.-% enthalten. Diese Konzentration ist optimal für die Ausbildung von Einzelschichten und für die homogene Verteilung dieser Einzelschichten in der Matrix.

Das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung liefert im Vergleich zu den bisher im Stand der Technik bekannten Verfahren ein Produkt, das hinsichtlich Zähigkeit und Steifigkeit optimale Merkmale aufweist. Bei herkömmlichen Verfahren ist zur Einbringung von Schichtsilikaten in der Regel eine chemische Vorbehandlung erforderlich, um ein Produkt mit den gewünschten Eigenschaften zu erhalten. Bei dieser Vorbehandlung werden die Schichtsilikate durch Kationenaustausch "organophil ausgerüstet", um so die Verträglichkeit der ursprünglich sehr polaren

Schichtsilikate mit der Matrix zu gewähren. Dieser Verfahrensschritt ist üblicherweise sehr aufwendig und teuer und gemäß der vorliegenden Erfindung vorteilhafterweise nicht erforderlich.

5 Die erfindungsgemäße Verwendung von Kautschukpartikeln mit polaren Oberflächen ist darüber hinaus von Vorteil, da für die Einarbeitung von Schichtsilikaten in herkömmliche unpolare Kunststoffe in der Regel die Zugabe eines Verträglichkeitsvermittlers erforderlich war. Der Zusatz eines solchen, auch als Kompatibilizer bezeichneten, polar modifizierten Kunststoffs ist bei dem Herstellungsverfahren gemäß der Erfindung nicht notwendig.

10 Bei dem herkömmlichen Verfahren zur Herstellung schichtsilikatverstärkter Kunststoffe wird das Schichtsilikat im Compound, das sich im Extruder befindet, exfoliert bzw. interkaliert. Hierfür ist eine genügend lange Verweilzeit der Mischung im Extruder unerlässlich und das erfindungsgemäße Verfahren liefert hier einen weiteren Vorteil, bestehend darin, daß diese Zeit dadurch eingespart wird, daß das Schichtsilikat bereits im gequollenen Zustand in den Extruder eingebracht wird und dort schneller exfoliert werden kann.

Bei weiteren bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung enthält die im wesentlichen wäßrige Dispersion zusätzlich bis zu insgesamt 50 Vol.-% an polaren, wasserlöslichen organischen Verbindungen. Diese polaren, wasserlöslichen organischen Verbindungen umfassen unter anderem
20 Alkohole und Glykole, aber auch wasserlösliche Polymere, wie z.B. Polyvinylalkohol, welches als Verdickungsmittel von Vorteil sein kann. Wahlweise werden bei einer weiteren Ausführungsform zur Nachstabilisierung des Latexes kationische Tenside zu der Dispersion gegeben.

Weitere Vorteile, Merkmale und Anwendungsmöglichkeiten der vorliegenden Erfindung werden
25 anhand der Figuren 1 und 2 deutlich. Es zeigen im einzelnen:

- Figur 1 ein Flußdiagramm eines erfindungsgemäßen Extrusionsverfahrens zur Herstellung von zähmodifizierten und schichtsilikatverstärkten thermoplastischen Systemen und
Figur 2 eine schematische Darstellung eines Querschnitts durch eine Extrusionsvorrichtung zur
30 erfindungsgemäßen Herstellung von zähmodifizierten und schichtsilikatverstärkten thermoplastischen Systemen.

Figur 1 zeigt die Abfolge der Compoundierung der einzelnen Ausgangsstoffe in einem erfindungsgemäßen Herstellungsverfahren zur Fertigung von zähmodifizierten und
35 schichtsilikatverstärkten thermoplastischen Systemen in einem Flußdiagramm. Der Rohstoff der Polymermatrix (zum Beispiel ein Granulat des Polymermatrixstoffs) wird zunächst in einer Schmelzvorrichtung 1 zur Schmelze gebracht. Anschließend gibt es verschiedene Möglichkeiten, die anderen Verbundwerkstoffbestandteile zu dem System hinzuzugeben. Bei dem Verfahren, das in

dem obersten Ast des Flußdiagramms von Figur 1 dargestellt ist, wird zu der Schmelze der Polymermatrix in der Zumischstufe 2a über die Zumischvorrichtung 3a zunächst das Schichtsilikat in wäßriger Dispersion zugegeben. Das hieraus hervorgehende Gemisch setzt sich aus der Polymermatrix, dem Schichtsilikat und Wasser zusammen und wird in der Mischvorrichtung 4a homogenisiert. Auf dieser Verfahrensebene kann wahlweise in einem Entwässerungsschritt 5a Wasser über die Entwässerungsvorrichtung 6a aus dem System abgeführt werden. Mit oder ohne diesen Schritt folgt in der folgenden Zumischstufe 7a die Zugabe von Latex über die Zumischvorrichtung 8a, und so setzt sich das hieraus resultierende Gemisch aus der Polymermatrix, dem Schichtsilikat, dem Latex und Wasser zusammen, welches in der Mischvorrichtung 9a erneut homogenisiert wird. In dem folgenden Entwässerungsschritt 10a wird Wasser aus dem compoundierenden System über die Entwässerungsvorrichtung 11a abgeführt und das hieraus hervorgehende Compound umfaßt im wesentlichen die Polymermatrix mit dem Schichtsilikat und Latex und wird von der Ausgabevorrichtung 12a gegebenenfalls weiter homogenisiert und das Produkt schließlich ausgegeben. Bei einer anderen Ausführungsform eines Verfahrens gemäß der vorliegenden Erfindung werden Latex und Schichtsilikatdispersionen in umgekehrter Reihenfolge zu der Polymermatrixschmelze zugegeben. Eine solche Ausführungsform ist in dem mittleren Ast des Flußdiagramms in Figur 1 dargestellt. Dementsprechend wird hierbei in der Zumischstufe 2b über die Zumischvorrichtung 3b zunächst Latex in einem ersten Schritt zu der Polymermatrixschmelze zugegeben. Das hieraus hervorgehende Gemisch setzt sich aus der Polymermatrix, dem Latex und Wasser zusammen und wird in der Mischvorrichtung 4b homogenisiert. Auf dieser Verfahrensebene kann wahlweise in einem Entwässerungsschritt 5b Wasser über die Entwässerungsvorrichtung 6b aus dem System abgeführt werden. Mit oder ohne diesen Schritt folgt in der folgenden Zumischstufe 7b die Zugabe von Schichtsilikat in wäßriger Dispersion über die Zumischvorrichtung 8b, und so setzt sich das hieraus resultierende Gemisch aus der Polymermatrix, dem Schichtsilikat, dem Latex und Wasser zusammen, welches in der Mischvorrichtung 9b erneut homogenisiert wird. In dem folgenden Entwässerungsschritt 10b wird Wasser aus dem compoundierenden System über die Entwässerungsvorrichtung 11b abgeführt und das hieraus hervorgehende Compound umfaßt im wesentlichen die Polymermatrix mit dem Schichtsilikat und Latex und wird von der Ausgabevorrichtung 12b gegebenenfalls weiter homogenisiert und das Produkt schließlich ausgegeben. Eine dritte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist in dem untersten Ast des Flußdiagramms von Figur 1 dargestellt. In diesem Fall erfolgt die Zugabe von Latex und Schichtsilikatdispersion gemeinsam in einer Zumischstufe 2c über die Zumischvorrichtung 3c. Das hieraus hervorgehende Gemisch setzt sich aus der Polymermatrix, dem Schichtsilikat, Latex und Wasser zusammen und wird in der Mischvorrichtung 4c homogenisiert. Auch hier wird nach dem Abführen von Wasser aus dem Gemisch in dem Entwässerungsschritt 10c über die Entwässerungsvorrichtung 11c ein Compound, das im wesentlichen aus Polymermatrix, Schichtsilikat und Latex besteht, erhalten.

In Figur 2 ist eine Draufsicht auf einen seitlichen Querschnitt durch eine Extrusionsvorrichtung 21 zur erfindungsgemäßen Herstellung von zähmodifizierten und schichtsilikatverstärkten thermoplastischen Systemen dargestellt. Diese Vorrichtung wird im wesentlichen durch eine langgezogene zylindrische Röhre 22 gebildet, in deren Innenraum 23 sich eine Schnecke 24 befindet, die sich im wesentlichen durchgehend über beinahe die gesamte Länge der zylindrischen Röhre 22 erstreckt, wobei der Querschnitt der Röhre allerdings über ihre Länge hinweg auch variieren kann, um Bereiche höheren bzw. niedrigeren Druckes bereitstellen zu können. Die Transportbewegung der Schnecke erfolgt zweckmäßigerweise von links nach rechts. Auf der linken Seite befindet sich eine Einfüllvorrichtung 25 für den oder die Stoffe der Polymermatrix 26. Diese beispielsweise in Form eines Granulats eingebrachten Stoffe werden unter anderem durch die Scherbewegung der Schnecke 24 im Schmelzbereich 27 der Vorrichtung zur Schmelze gebracht. Durch die Transportbewegung der Schnecke 24 wird die Schmelze von links nach rechts aus dem Schmelzbereich 27 durch den Abgrenzungsbereich 28 in den Compoundierungsbereich 30 transportiert. Hierbei passiert die Schnecke 24 in dem Abgrenzungsbereich 28 ein Abdichtungselement 29. Das Abdichtungselement 29 verhindert den Rückstrom von Schmelze entgegen der Transportrichtung der Schnecke 24. Das Abdichtungselement 29 ist in der Regel eine Stahlscheibe deren Außenumfang etwas geringer als der Innenumfang der zylindrischen Röhre ist und durch deren Öffnung die Schmelze nach wie vor strömen kann, wobei der Rückfluß der Schmelze entgegen der Transportrichtung der Schnecke deutlich verringert ist. Ein weitere Möglichkeit der Trennung der Bereiche 27 und 30 durch den Abgrenzungsbereich 28 ist eine spezielle Schneckenkonfiguration unter Ausbildung eines Kompressionssegments. Im Compoundierungsbereich 30 befindet sich bei der hier dargestellten Ausführungsform eine Einfüllvorrichtung 31 für das Einbringen von Schichtsilikat in wäßriger Dispersion 32. Wahlweise ist im Anschluß an diesen Bereich ein Evaporationsbereich 35 denkbar, in dem über die Evaporationsvorrichtung 33 überschüssiges Gas 34 abgeführt werden kann. Falls ein solcher Evaporationsbereich 35 verwirklicht ist, wäre ein weiterer Abgrenzungsbereich 37 vorteilhaft in dem ein Abdichtungselement 36 (analog zu dem Abdichtungselement 29) vorgesehen ist. In dem anschließenden zweiten Compoundierungsbereich 38 befindet sich eine weitere Einfüllvorrichtung 39 für das Einbringen von Latex 40 in das compoundierende System im Compoundierungsbereich 38. Das Gemisch aus Polymermatrix, Schichtsilikatdispersion und Latex wird im Compoundierungsbereich 38 durch die Bewegung der Schnecke 24 durchmischt und homogenisiert. Gleichzeitig findet ein Weitertransport des Compoundgemisches von links nach rechts durch die Extrusionsvorrichtung 21 statt. Im Anschluß an den Compoundierungsbereich 38 befindet sich bei der hier dargestellten erfindungsgemäßen Extrusionsvorrichtung der Evaporationsbereich 41, in dem über die Evaporationsvorrichtung 42 überschüssige Gase 43, im wesentlichen Wasserdampf, abführbar sind. Im folgenden wird das evaporierte Compound 45 durch die Transportbewegung der Schnecke 24 durch die Ausgangsdüse 44 aus der Extrusionsvorrichtung 21 herausgefördert.

Neben den Angaben aus der vorstehenden Beschreibung und den entsprechenden Figuren ergeben sich weitere Merkmale, Vorteile und Anwendungsmöglichkeiten der vorliegenden Erfindung aus den folgenden Beispielen:

5

Beispiel 1 (B1) und Vergleichsbeispiel 1 (V1)

Auf einem Doppelschneckenextruder (ZSE von Werner & Pfleiderer, Deutschland) wurde Nanocomposite auf Polyamid-6-Basis (Ultramid B3, BASF AG, Deutschland, abgekürzt: PA-6) hergestellt. Als Schichtsilikat wurde ein natürliches Na-Bentonit (EXM 757, Süd-Chemie, Deutschland, abgekürzt: B) verwendet. Für die Zähmodifizierung diente ein NBR-Latex (Perbunan N Latex 1120 von Polymerlatex GmbH, Deutschland) dessen Feststoffgehalt bei 45 Gew.-% lag. Durch separate Dosierung des Latex bzw. der wäßrigen Dispersion des Schichtsilikates wurde der Kautschukanteil auf 5 Gew.-% und der Anteil des Schichtsilikates im fertigen Compound auf 1 Gew.-% eingestellt. Für die Prozeßführung (Temperaturverlauf, Drehmoment der Schnecken usw.) wurden die Vorgaben des PA-6-Herstellers befolgt. Die Evaporation des Wassers als „Trägermaterial“ erfolgte durch eine Entgasungsöffnung des Extruderzylinders. Dies wurde auch durch die Schneckenkonfiguration begünstigt (eingebautes Dekompressionssegment). Die Verweilzeit im Extruder betrug ca. 8 Min. Das so über den „Latexweg“ hergestellte Produkt wurde granuliert und anschließend spritzgegossen (B1). Für Vergleichsversuche wurden Mischungen mit gleicher Zusammensetzung durch Zugabe des gleichen NBR in festem Zustand und durch Pulverdosisierung der Schichtsilikate über den „Schmelzweg“ hergestellt (V1). Die mechanischen Eigenschaften wurden an spritzgegossenen Probekörpern nach den jeweiligen Normen (d.h. Zugcharakteristika nach DIN EN ISO 527 an Probekörpern des Typ 1A, Kerbschlagzähigkeit nach DIN EN ISO 179) bestimmt. Wegen der Hygroskopie des PA-6 wurden die zu untersuchenden Probekörper konditioniert (nach DIN EN ISO 291 bei 23 °C und 50 rel. Feuchtigkeit). Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefaßt.

Tabelle 1

30

	Zusammensetzung	Herstellung	Zug		Kerbschlag- zähigkeit (23 °C) [kJ/m ²]
			E-Modul [GPa]	Festigkeit [MPa]	
B1	PA-6/NBR/B	Latexweg	2.2	72.5	11.8
V1	94/5/1	Schmelzweg	2.0	50.1	8.1

Beispiel 2 (B2) und Vergleichsbeispiel 2 (V2)

Auf einem Doppelschneckenextruder (ZSE von Werner & Pfeleiderer, Deutschland) wurde Nanocomposite analog zu Beispiel 1 hergestellt, wobei als Schichtsilikat ein synthetisches Na-Fluorhektorit (Somasif ME-100 von Co-op Chemicals, Japan, abgekürzt: F) gewählt wurde. Durch separate Dosierung des Latex bzw. der wäßrigen Dispersion des Schichtsilikates wurde hier der Kautschukanteil auf 35 Gew.-% und der Anteil des Schichtsilikates im fertigen Compound auf 10 Gew.-% eingestellt. Prozessführung, Evaporation, Schneckenkonfiguration und Verweilzeit wurden ebenfalls wie in Beispiel 1 gewählt. Das so über den „Latexweg“ hergestellte Produkt wurde granuliert und anschließend spritzgegossen (B2). Für Vergleichsversuche wurden Mischungen mit gleicher Zusammensetzung durch Zugabe des gleichen NBR in festem Zustand und durch Pulverdosierung der Schichtsilikate über den „Schmelzweg“ hergestellt (V2). Die mechanischen Eigenschaften wurden wie für Beispiel 1 und Vergleichsbeispiel 1 ermittelt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2

	Zusammensetzung	Herstellung	Zug		Kerbschlag- zähigkeit (23 °C) [kJ/m ²]
			E-Modul [GPa]	Festigkeit [MPa]	
B2	PA-6/NBR/F	Latexweg	1.7	38.7	Kein Bruch
V2	55/35/10	Schmelzweg	1.3	23.1	13.1

Beispiel 3 (B3) und Vergleichsbeispiel 3 (V3)

Nanocomposite auf der Basis von Polybutylenterephthalat (Ultradur B4520, BASF AG, Deutschland, abgekürzt: PBT) wurde wie in Beispiel 1 beschrieben hergestellt, wobei für die Zähmodifizierung in diesem Falle ein Acrylatlatex (Plextol X 4324, Polymerlatex GmbH, Deutschland, abgekürzt: ACR) mit 60 Gew.-% Feststoffanteil diente. Das Schichtsilikat (Bentonit, B) wurde im Latex dispergiert bevor es zu PBT zugegeben wurde. Dies erforderte eine Nachstabilisierung des ACR-Latexes, was durch Zugabe von kationischen Tensiden (in diesem Falle Cetyl-trimethyl-ammonium-bromid in 1,0 Gew.-%) und durch einen Verschnitt mit polarem organischen Lösungsmittel (in diesem Falle Ethylalkohol/Polyethylenglykol: 2/1) erreicht wurde. Der Anteil an organischem Lösungsmittel der zudosierten Dispersion lag insgesamt bei 45 Vol.-%. Die Zusammensetzung der Mischungen war wie folgt: PBT/Kautschuk/Schichtsilikat=86/10/4 (B3, Latexweg). Für Vergleichszwecke (V3, Schmelzweg) dienten die Kautschuke, welche durch Ausfällung (Koagulation) aus dem gleichen

Latex wie in B3 gewonnen wurden. Die mechanischen Eigenschaften wurden wie bei Beispiel 1 ermittelt - allerdings ohne Konditionierung der Probekörper - und sind in Tabelle 3 zusammengefaßt.

Tabelle 3

5

	Zusammensetzung	Herstellung	Zug		Kerbschlag- zähigkeit (23 °C) [kJ/m ²]
			E-Modul [GPa]	Festigkeit [MPa]	
B3	PBT/ACR/B	Latexweg	2.9	75.5	4.5
V3	86/10/4	Schmelzweg	2.1	48.1	2.9

Beispiel 4 (B4) und Vergleichsbeispiel 4 (V4)

10 Beispiel 4 wurde analog zu Beispiel 3 durchgeführt, wobei für die Zähmodifizierung in diesem Falle eine Polymerdispersion (mittlere Partikelgröße: 0,5 µm) mit Partikeln von einer Kern- (Polystyrol)/Schale-(Polyacrylat)Struktur (abgekürzt: AC-KS) diente. Das Polystyrol/Polyacrylat-Verhältnis war hierbei 65/35 Gew.-%. Das Schichtsilikat (Bentonit, B) wurde hier in der Polymerdispersion dispergiert bevor es zu PBT zugegeben wurde (B4). Für Vergleichszwecke (V4)

15 dienten die Kautschuke, welche durch Ausfällung (Koagulation) aus der gleichen Dispersion wie in B4 gewonnen wurden. Die mechanischen Eigenschaften wurden wie bei Beispiel 1 ermittelt - allerdings ohne Konditionierung der Probekörper - und sind in Tabelle 4 zusammengefaßt.

Tabelle 4

20

	Zusammensetzung	Herstellung	Zug		Kerbschlag- zähigkeit (23 °C) [kJ/m ²]
			E-Modul [GPa]	Festigkeit [MPa]	
B4	PBT/AC-KS/B	Latexweg	3.1	71.9	4.0
V4	86/10/4	Schmelzweg	2.3	40.1	2.1

Beispiel 5 (B5) und Vergleichsbeispiel 5 (V5)

25 Ein Polyoxymethylen vom Spritzgusstyp (Hostaform C9021, Ticona GmbH, Deutschland, abgekürzt: POM) wurde analog zu Beispiel 1 hergestellt und hier durch die Zugabe von Na-Fluorhektorit (F) und Polyesterurethan-Latex (Impranil DLP-R, Bayer AG, Deutschland, Kautschukanteil: 50 Gew.-%, abgekürzt: PUR) veredelt. Hierbei wurde folgende Zusammensetzung über den „Latexweg“

gefahren: POM/PUR/F=94/5/1 (B5). Für Vergleichszwecke wurde das gleiche Compound über den „Schmelzweg“ hergestellt (V5). Dafür wurde das PUR aus dem Latex durch Gefriertrocknung gewonnen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5 aufgeführt.

5 Tabelle 5

	Zusammensetzung	Herstellung	Zug		Kerbschlag- zähigkeit (23 °C) [kJ/m ²]
			E-Modul [GPa]	Festigkeit [MPa]	
B5	POM/PUR/F	Latexweg	2.9	66.5	6.7
V5	94/5/1	Schmelzweg	2.8	51.1	4.8

10 Beispiel 6 (B6) und Vergleichsbeispiel 6 (V6)

Ein Nanocomposite auf POM-Basis wurde analog zu Beispiel 5 hergestellt, wobei hier folgende Zusammensetzung über den „Latexweg“ gefahren wurde: POM/PUR/F=80/15/5 (B6). Für Vergleichszwecke wurde das gleiche Compound auch über den „Schmelzweg“ hergestellt (V6). Dafür wurde das PUR aus dem Latex durch Gefriertrocknung gewonnen. Die Ergebnisse sind in

15 Tabelle 6 aufgeführt.

Tabelle 6

	Zusammensetzung	Herstellung	Zug		Kerbschlag- zähigkeit (23 °C) [kJ/m ²]
			E-Modul [GPa]	Festigkeit [MPa]	
B6	POM/PUR/F	Latexweg	2.2	57.8	11.0
V6	80/15/5	Schmelzweg	2.0	40.0	5.9

20 Beispiel 7 (B7) und Vergleichsbeispiel 7 (V7)

Analog zu Beispiel 1 wurde ein Nanocomposite hergestellt, wobei ein isotaktisches Polypropylen-Homopolymer (Hostalen PPH 2150 von Basell, Deutschland, abgekürzt: PP) mit einem hochammoniumhaltigen Naturkautschuk-Latex (Rubber Research Institute, Indien, abgekürzt: NR) und Na-Bentonit veredelt wurde. Der NR-Gehalt des Latex war 60 Gew.-%. Durch Extrusion wurde die folgende Komposition hergestellt: PP/NR/Bentonit (B)= 93/5/2 (B7). Für Vergleichszwecke diente

die schmelzkomponierte Mischung, welche unter Anwendung von festem NR (SMR-CV) und Pulverdosierung von B hergestellt wurde (V7).

Die Ergebnisse sind in Tabelle 7 aufgelistet.

5

Tabelle 7

	Zusammensetzung	Herstellung	Zug		Kerbschlag- zähigkeit (-30 °C) [kJ/m ²]
			E-Modul [GPa]	Festigkeit [MPa]	
B7	PP/NR/B	Latexweg	1.35	33.0	4.1
V7	93/5/2	Schmelzweg	1.20	28.1	2.3

10 Beispiel 8 (B8) und Vergleichsbeispiel 8 (V8)

Analog zu Beispiel 7 wurde ein Nanocomposite hergestellt, wobei folgende Zusammensetzung extrudiert wurde: PP/NR/Bentonit(B)= 81/15/4 (B8). Für Vergleichszwecke diente die schmelzkomponierte Mischung, welche unter Anwendung von festem NR (SMR-CV) und Pulverdosierung von B hergestellt wurden (V8). Die Ergebnisse sind in Tabelle 8 aufgelistet.

15

Tabelle 8

	Zusammensetzung	Herstellung	Zug		Kerbschlag- zähigkeit (-30°C) [kJ/m ²]
			E-Modul [GPa]	Festigkeit [MPa]	
B8	PP/NR/B	Latexweg	1.10	29.0	7.6
V8	81/15/4	Schmelzweg	0.95	20.9	3.1

20

Beispiel 9 (B9) und Vergleichsbeispiel 9 (V9)

Analog zu Beispiel 8 wurde ein Nanocomposite hergestellt, wobei der Latex hier prävulkanisiert wurde (NR-P). Für die Prävulkanisation wurde dem Latex Zink-diethyl-dithiocarbamat und Schwefel in wässriger Dispersion zugesetzt und zwar in je 1 Gewichtsteil pro 100 Gewichtsteilen an trockenem NR und anschließend die Temperatur auf 70 °C erhöht. Nach 4-stündiger Lagerung wurde das Latex auf Zimmertemperatur abgekühlt und der frühere Ammoniumgehalt wiederhergestellt. Durch Extrusion wurde die folgende Komposition hergestellt: PP/NR-P/Bentonit(B)= 81/15/4 (B9). Für

25

Vergleichszwecke diene die schmelzkomponentierte Mischung, welche unter Anwendung von festem NR (SMR-CV) und Pulverdosierung von B hergestellt wurden (V9). Die Ergebnisse sind in Tabelle 9 aufgelistet, wobei die Mischung PP/NR-P/B=81/15/4 über den „Schmelzweg“ nicht homogen hergestellt werden konnte und daher hierfür die mechanischen Kennwerte in der Tabelle 8 fehlen.

Tabelle 9

	Zusammensetzung	Herstellung	Zug		Kerbschlag- zähigkeit (-30°C) [kJ/m ²]
			E-Modul [GPa]	Festigkeit [MPa]	
B9	PP/NR-P/B	Latexweg	1.25	29.0	10.2
V9	81/15/4	Schmelzweg	Mischung ist inhomogen		

Beispiel 10 (B10) und Vergleichsbeispiel 10 (V10)

Analog zu den Beispielen 7,8 und 9 wurde PP sowohl ohne Prävulkanisation (NR) als auch mit Prävulkanisation (NR-P) veredelt. Durch Extrusion wurde die folgende Komposition hergestellt: PP/NR(-P)/Bentonit(B)= 50/40/10 (B10a+b). Für Vergleichszwecke diene die schmelzkomponentierte Mischung, welche unter Anwendung von festem NR (SMR-CV) und Pulverdosierung von B hergestellt wurde (V10a+b).

Die Mischung 50/40/10 wies das Eigenschaftsprofil eines thermoplastischen Elastomers auf und wurde daher anders als bisher charakterisiert. Für die Eigenschaftsbestimmung der Mischung PP/NR(-P)/B=50/40/10 wurde der Druckverformungsrest (DVR nach DIN 53517, 70 °C, 22 Stunden) angewandt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 10 aufgelistet, wobei anzumerken ist, daß ein DVR-Wert von 100% einem idealen Thermoplasten und ein DVR-Wert von 0% einem idealen Gummi entspricht.

Tabelle 10

	Zusammensetzung	Herstellung	DVR [%]
B10a	PP/NR-P/B	Latexweg	37
V10a	(50/40/10)	Schmelzweg	59
B10b	PP/NR/B	Latexweg	42
V10b	(50/40/10)	Schmelzweg	66

Bezugszeichenliste

	1	Schmelzvorrichtung
	2a-c	Zumischstufe
5	3a-c	Zumischvorrichtung
	4a-c	Mischvorrichtung
	5a-b	Entwässerungsschritt
	6a-b	Entwässerungsvorrichtung
	7a-b	Zumischstufe
10	8a-b	Zumischvorrichtung
	9a-b	Mischvorrichtung
	10a-c	Entwässerungsschritt
	11a-c	Entwässerungsvorrichtung
	12a-c	Ausgabevorrichtung
15		
	21	Extrusionsvorrichtung
	22	zylindrische Röhre
	23	Innenraum der zylindrischen Röhre
	24	Schnecke
	25	Einfüllvorrichtung
	26	Stoffe der Polymermatrix
	27	Schmelzbereich
	28	Abgrenzungsbereich
	29	Abdichtungselement
25	30	Kompoundierungsbereich
	31	Einfüllvorrichtung
	32	Schichtsilikat in wäßriger Dispersion
	33	Evaporationsvorrichtung
	34	überschüssiges Gas (Wasserdampf)
30	35	Evaporationsbereich
	36	Abdichtungselement
	37	Abgrenzungsbereich
	38	Kompoundierungsbereich
	39	Einfüllvorrichtung
35	40	Latex
	41	Evaporationsbereich
	42	Evaporationsvorrichtung
	43	überschüssige Gase (Wasserdampf)
	44	Ausgangsdüse
40	45	evaporiertes Compound

PATENTANSPRÜCHE

- 5 1. Extrusionsverfahren zur Herstellung von zähmodifizierten und schichtsilikatverstärkten thermoplastischen Systemen, dadurch gekennzeichnet, daß sowohl Zähmodifikator als auch Schichtsilikat in im wesentlichen wäßriger Dispersion in das compoundierende System eingebracht werden, und daß das Wasser aus dem compoundierenden System während der Extrusion wenigstens zum Teil entfernt wird.
- 10 2. Extrusionsverfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Dispersionen von Zähmodifikator und Schichtsilikat separat in das compoundierende System eingebracht werden.
- 15 3. Extrusionsverfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Dispersionen von Zähmodifikator und Schichtsilikat zusammen in das compoundierende System eingebracht werden.
- 20 4. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Wasser aus dem compoundierenden System während der Extrusion durch Evaporation wenigstens zum Teil entfernt wird.
- 25 5. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die verwendeten Zähmodifikatoren natürlichen und synthetischen Kautschuk sowie Mischungen davon umfassen.
- 30 6. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die verwendeten Zähmodifikatoren Latex und Latexmischungen umfassen.
- 35 7. Extrusionsverfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Latex oder die Latexmischung beziehungsweise der Kautschuk oder die Kautschukmischung prävulkanisiert ist.
8. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der verwendete Zähmodifikator eine Partikelgröße von 0,1 - 10 µm, vorzugsweise etwa 0,5 µm aufweist.
9. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Struktur der Partikel des Zähmodifikators aus Kern und Schale besteht.

10. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel des Zähmodifikators reaktionsfähige Gruppen auf ihrer Oberfläche haben.

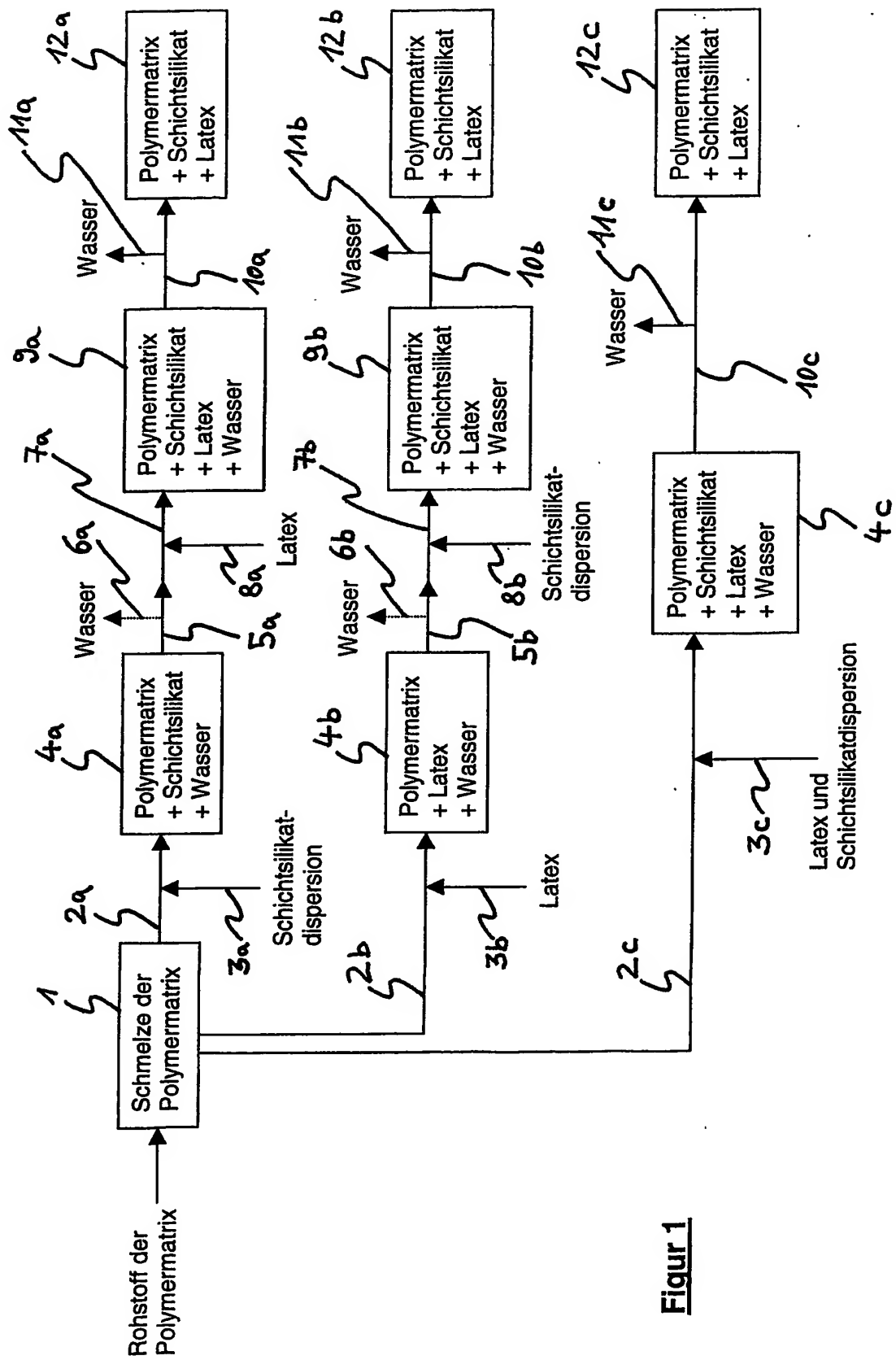
5 11. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß der verwendete Zähmodifikator im komponentierten Produkt des Verfahrens mit einem Anteil von 1 - 40 Gew.-%, vorzugsweise mit einem Anteil von 5 - 35 Gew.-% enthalten ist.

10 12. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß das verwendete Schichtsilikat natürliche und synthetische Schichtsilikate, die mit Wasser quellbar sind, bevorzugt Na-Bentonit oder Na-Fluorhektorit, umfaßt.

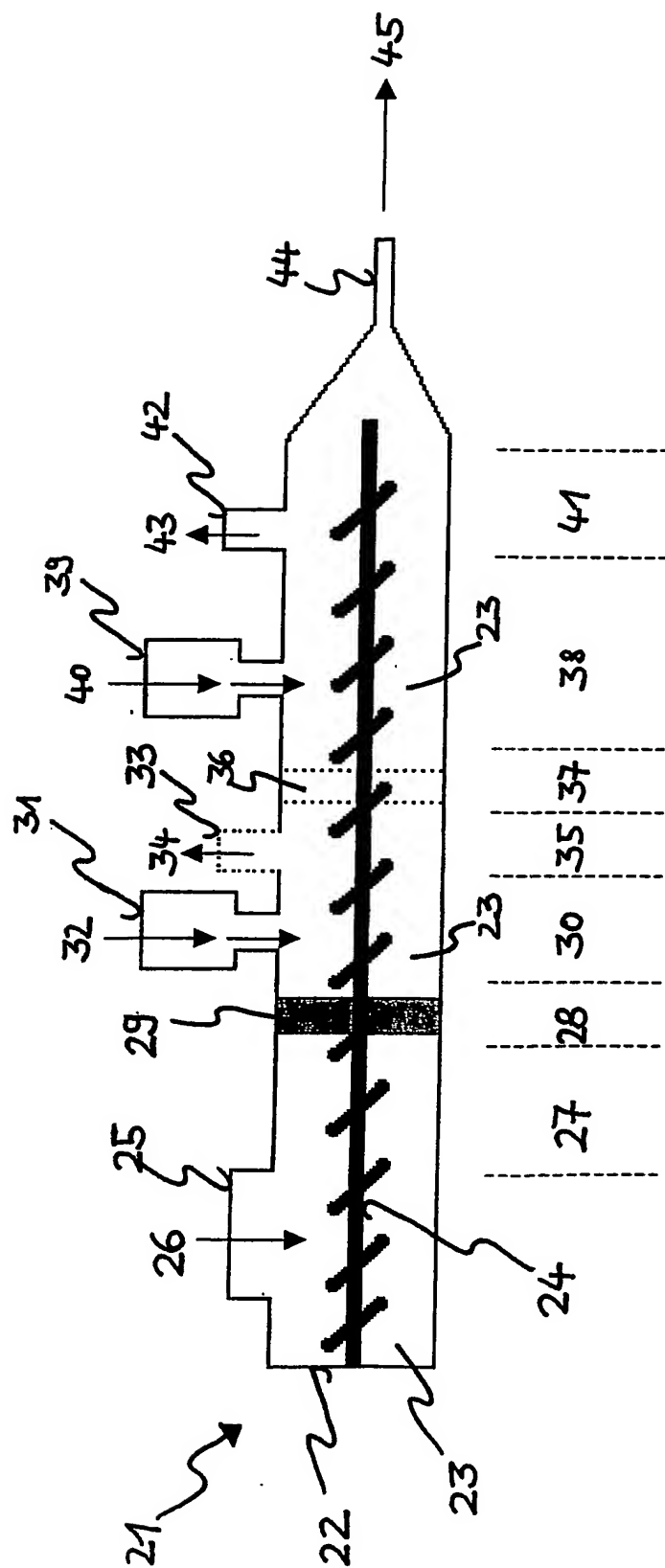
13. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Schichtsilikat im komponentierten Produkt des Verfahrens mit einem Anteil von 1 - 10 Gew.-%, vorzugsweise einem Anteil von 4 - 8 Gew.-% enthalten ist.

20 14. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die im wesentlichen wäßrige Dispersion zusätzlich bis zu 50 Vol.-% an polaren, wasserlöslichen organischen Verbindungen, die Alkohole, Glykole und wasserlösliche Polymere umfassen, enthält.

25 15. Extrusionsverfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß zur Nachstabilisierung des Latexes kationische Tenside zu der Dispersion zugegeben werden.



Figur 1



Figur 2